PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

C01B 33/16, C04B 14/06 // 30/00, 14:06

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 97/03017

1/06 // 30/00, 14:06 | A1 | (43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

30. Januar 1997 (30.01.97)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP96/02894

(22) Internationales Anmeldedatum:

2. Juli 1996 (02.07.96)

(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL,

PT, SE).

(30) Prioritätsdaten:

195 25 021.4

10. Juli 1995 (10.07.95)

DE

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):
HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];
Brüningstrasse 50, D-65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHWERTFEGER, Fritz [DE/DE]; Rauenthaler Weg 32, D-60529 Frankfurt am Main (DE). ZIMMERMANN, Andreas [DE/DE]; Im Dürren Kopf 27a, D-64347 Griesheim (DE).

(54) Title: PROCESS FOR PREPARING ORGANICALLY MODIFIED AEROGELS AND USE THEREOF

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ORGANISCH MODIFIZIERTEN AEROGELEN UND DEREN VER-WENDUNG

(57) Abstract

The invention concerns a process for preparing organically modified aerogels, in which: a) a silicate-like lyogel or hydrogel is prepared; b) optionally the gel prepared in step a) is subjected to complete or partial conversion of the solvent into an organic solvent; c) the gel obtained in step a) or b) is reacted with at least one silylation agent; d) optionally the silylated gel obtained in step c) is washed with an organic solvent; and e) the gel obtained in step c) or d) is dried subcritically. The invention further concerns the use of these aerogels.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von organisch modifizierten Aerogelen, bei dem man a) ein silikatisches Lyogel oder Hydrogel vorlegt, b) gegebenenfalls das in Schritt a) hergestellte Gel einem ganz oder teilweisen Lösungsmitteltausch zu einem organischen Lösungsmittel unterwirft, c) das in Schritt a) oder b) erhaltene Gel mit mindestens einem Silylierungsmittel umsetzt, d) gegebenenfalls das in Schritt c) erhaltene silylierte Gel mit einem organischen Lösungsmittel wäscht, und e) das in Schritt c) oder d) erhaltene Gel unterkritisch trocknet; und deren Verwendung.

ij

Ums tzungsprodukten, die s w hl sicherheitstechnische als auch verfahrenstechnische Probleme aufweisen und andererseits die Verwendung von schwer zugänglichen und im industriellen Maßstab derzeit nicht verfügbaren Silylierungsmitteln, die ihrerseits außerordentlich hohe Verfahrenskosten verursachen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von organisch modifizierten Aerogelen, bei dem man

- a) ein silikatisches Lyogel oder Hydrogel vorlegt,
- b) gegebenenfalls das in Schritt a) hergestellte Gel einem ganz oder teilweisen Lösungsmitteltausch zu einem organischen Lösungsmittel unterwirft,
- c) das in Schritt a) oder b) erhaltene Gel mit mindestens einem Silylierungsmittel umsetzt,
- d) gegebenenfalls das in Schritt c) erhaltene silylierte Gel mit einem organischen Lösungsmittel wäscht, und
- e) das in Schritt c) oder d) erhaltene Gel unterkritisch trocknet,
 das dadurch gekennzeichnet ist, daß man das in Schritt a) oder b)
 erhaltene Gel in Schritt c) mit mindestens einem chlorfreien
 Silylierungsmittel der Formel i und/oder II umsetzt,

$$R_{3}^{1}Si-N=C \xrightarrow{R_{3}^{3}} (1)$$

$$\begin{array}{c|c}
R_3 & S_i \\
N & C \\
R_3 & S_i
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
R^3 \\
O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
(11) \\
O
\end{array}$$

wobei R¹, R², R³ unabhängig voneinander, gleich oder verschieden, ein Wasserst ffatom, ein linearer oder verzweigter C₁-C₆-Alkyl-, ein Cyclohexyl- oder Phenyl-Rest ist.